#### **CURABLE COMPOSITION**

Publication number: JP9053011 Publication date: 1997-02-25

Inventor:

NISHIMURA KEIKO; AZUMA MASAAKI; HASHIMOTO

KAZUMASA; KAWAKUBO FUMIO

Applicant:

KANEGAFUCHI CHEMICAL IND

Classification:

- international:

C08K5/01; C08L43/04; C08L71/02; C08K5/00; C08L43/00; C08L71/00; (IPC1-7): C08L71/02;

C08K5/01; C08L43/04; C08L71/02

- european:

Application number: JP19950204467 19950810 Priority number(s): JP19950204467 19950810

Report a data error here

#### Abstract of JP9053011

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a curable composition which can cure in the presence of moisture to given a product reduced in surface tackiness (stickiness) by mixing an oxyalkylene polymer having reactive silicon groups with a specified compound. SOLUTION: This curable composition comprises an oxyalkylene polymer having at least one reactive silicon group and a hydrocarbon compound. The reactive silicon group of the oxalkylene polymer is exemplified by a group represented by the formula: -[Si(R<2> 2-a)(Xa) -O-]m Si(R<3> 3-b)-Xb [wherein R<2> and R<3> are each a 1-20C alkyl, a 6-20C aryl, a 7-20C aralkyl, (R<4>)3 SiO- (wherein R<4> is a 1-20C hydrocarbon group); X is a hydrolyzalble group or hydroxyl; (a) is 0-2; (b) is 0-3; (m) is 0-19; and (a+&Sigma b)>=1]. The hydrocarbon compound is particularly desirably an aliphatic hydrocarbon. The amount of the hydrocarbon compound used is desirably 0.1-150 pts.wt. per 100 pts.wt. oxyalkylene polymer.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

### (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平9-53011

(43)公開日 平成9年(1997)2月25日

| (51) Int.Cl. <sup>8</sup> | <b>識別記号</b>         | F I 技術表示箇所                 |
|---------------------------|---------------------|----------------------------|
| C08L 71/02                |                     | C08L 71/02 LQE             |
| · · · ·                   | LQC                 | LQC                        |
| C08K 5/01                 |                     | C 0 8 K 5/01               |
| C08L 43/04                | LKA                 | C 0 8 L 43/04 LKA          |
|                           |                     | 審査請求 未請求 請求項の数3 〇L (全 6 頁) |
| (21)出願番号                  | <b>特願平</b> 7-204467 | (71) 出願人 000000941         |
|                           |                     | 鐘淵化学工業株式会社                 |
| (22) 出願日                  | 平成7年(1995)8月10日     | 大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号         |
|                           |                     | (72)発明者 西村 慶子              |
|                           |                     | 兵庫県明石市藤江1463-1-101         |
|                           |                     | (72)発明者 東 雅昭               |
|                           |                     | 兵庫県明石市鳥羽 3 -25             |
|                           |                     | (72)発明者 橋本 和昌              |
|                           |                     | 兵庫県明石市茶園場町 3 - 2 - 718     |
|                           |                     | (72)発明者 川久保 文夫             |
|                           |                     | 兵庫県神戸市須磨区北落合5-21-17        |
|                           |                     | (74)代理人 弁理士 鈴江 武彦          |

### (54) 【発明の名称】 硬化性組成物

## (57)【要約】

【課題】硬化後に表面に残留するタックが改善された硬 化性組成物を提供する。

【解決手段】硬化性組成物の主成分は、(a) 1分子中 に少なくとも1個の反応性珪素基を含有するオキシアル キレン重合体、及び(b) 炭化水素系化合物である。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) 1分子中に少なくとも1個の反応 性珪素基を含有するオキシアルキレン重合体、及び (b) 炭化水素系化合物を含有させてなる硬化性組成

【請求項2】 炭化水素系化合物が脂肪族炭化水素であ る請求項1記載の硬化性組成物。

【請求項3】 炭化水素系化合物がパラフィン系炭化水 素である請求項1記載の硬化性組成物。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、湿分存在下で硬化 し、表面のタック(べとつき)が改良された硬化性組成 物に関する。

#### [0002]

【従来の技術・発明が解決しようとする課題】反応性珪 素基を有する重合体は、湿分存在下で架橋硬化するが、 該重合体中で、例えば主鎖骨格がポリオキシプロピレン であるものを用いた硬化性組成物は、室温では液状で硬 化によりゴム弾性体となる特性を有し、建築用シーラン 20 ト等に広く用いられている。然しながら、この硬化性組 成物は、配合組成や硬化条件によっては、その硬化物表 面にタック(べとつき)が残って塵や埃等が付着して外 観を損なう原因となり、問題となっていた。

【0003】そこで、この欠点を改善する方法として、 例えば特開昭55-21453号公報では該ポリマーに有機シリ コン重合体を添加する方法が提案されている。然しなが ら、この方法では、タックは改善されるものの、モジュ ラス・破断時強度・伸びが低下してしまうという問題が あった。また、特開昭55-36241号公報では光硬化性物質 30 を添加する方法、特開平1-149851号公報では液状ジエン 系重合体を添加する方法、更に特開平1-188557号公報で は長鎖炭化水素基含有シリコン化合物を添加する方法が 開示されている。然し、これらの方法では硬化性組成物\*

$$-[-S:1](R^{2}_{2-a})(X_{a})-O-$$

式中、R'及びR'は、いずれも炭素数1~20のアル キル基、炭素数6~20のアリール基、炭素数7~20 のアラルキル基又は(R'), SiO-[R'は炭素数 であっても異なっていても良い」で示されるトリオルガ ノシロキシ基を示し、R'又はR'が2個以上存在する※

$$-Si(R^{2}_{2-a})(X_{a})-O-$$

におけるaは同一である必要はない。mは0又は1~1 9の整数を示す。但し、(a+∑b)≧1を満足するも のとする。

【0008】とのXで表わされる加水分解性基として は、特に限定されるものではなく、従来既知の加水分解 性基でよい。具体的には、例えば、水素原子、ハロゲン 原子、アルコキシ基、アシルオキシ基、ケトキシメート 50 点から、アルコキシ基が特に好ましい。

\* が高価格になるだけではなく、硬化の比較的初期の時期 ではタックが十分にとれず、また配合組成や硬化条件に よっては十分な効果が得られないといった欠点があっ た。

#### [0004]

【課題を解決するための手段】本発明は、上記課題に対 し、各種添加物の効果を検討した結果、該有機重合体に 炭化水素を添加することにより、モジュラス・破断時伸 びを低下させることなく、かつ低価格で目的を達成する 10 ことを見出だしたことに基づくものである。即ち、本発 明は、(a) 1分子中に少なくとも1個の反応性珪素基 を含有するオキシアルキレン重合体、及び(b)炭化水 素系化合物を含有させてなる硬化性組成物に関する。 [0005]

【発明の実施の形態】本発明組成物に含有される(a) 1分子中に少なくとも1個の反応性珪素基を含有するオ キシアルキレン重合体の主鎖骨格は、本質的に一般式 (1)で示される繰返し単位を有するものである。 [0006]

$$20 - R^{1} - O - \tag{1}$$

(式中、R1は、2価の有機基であり、炭素数1~14 の直鎖又は分岐アルキレン基が好ましい)

一般式(1)で示される繰返し単位の具体例としては、 -CH, O-, -CH, CH, O-, -CH, CH (C  $H_3$ ) O-,  $-CH_2$  CH  $(C_2$   $H_5$ ) O-,  $-CH_2$ C (CH, ), O-, -CH, CH, CH, CH, O-等が挙げられる。オキシアルキレン重合体の主鎖骨格は 1種だけの繰返し単位からなっていてもよく、2種以上 の繰返し単位からなっていてもよい。特に、シーラント 等に使用される場合は、プロピレンオキシドを主成分と する重合体からなるのが好ましい。

【0007】本発明組成物の(a)成分に含有される反 応性珪素基としては、次の一般式(2)で示される基を 挙げることができる。

$$-[-Si(R^{2}_{2-a})(X_{a})-O-]_{m}Si(R^{3}_{3-b})-X_{b}$$

(2)

※ときには、それらは同一であっても良いし、異なってい ても良い。Xは加水分解性基又は水酸基を示し、Xが2 個以上存在するときには、それらは同一であっても良い  $1\sim20$  の 1 価の炭化水素基であり、3 個の $R^{+}$  は同一 40 し、異なっていても良い。a は 0 、1 又は 2 であり、bは0、1、2又は3をそれぞれ示す。m個の一般式 (3)

#### (3)

基、アミノ基、アミド基、酸アミド基、アミノオキシ 基、メルカプト基、アルケニルオキシ基等が挙げられ る。これらのうちでは、水素原子、アルコキシ基、アシ ルオキシ基、ケトキシメート基、アミノ基、アミド基、 アミノオキシ基、メルカプト基及びアルケニルオキシ基 が好ましく、加水分解性が穏やかで取扱い易いという観

【0009】この加水分解性基や水酸基は、1個の珪素 原子に $1 \sim 3$  個の範囲で結合することができ、 $(a + \Sigma)$ b)は1~5個の範囲が好ましい。加水分解性基や水酸 基が反応性珪素基中に2個以上結合する場合には、それ らは同一であってもよく、異なっていても良い。

【0010】前記反応性珪素基を形成する珪素原子は1 個でもよく、2個以上であってもよいが、シロキサン結 合等に連結された珪素原子の場合には20個程度あって

【0011】とれらの反応性珪素基のうち、次の一般式 10 (4)で示される基が、入手が容易である点で好まし

【0012】また、一般式(2)におけるR'及びR' の具体例としては、例えば、メチル基、エチル基等のア ルキル基、シクロヘキシル基等のシクロアルキル基、フ ェニル基等のアリール基、ベンジル基等のアラルキル 基、R<sup>4</sup> がメチル基、フェニル基等である(R<sup>4</sup>), S iO-で示されるトリメチルシロキシ基等が挙げられ る。これらのうちではメチル基が特に好ましい。

【0013】反応性珪素基の導入は既知の方法で行うと とができる。例えば、次の方法を挙げることができる。 (i) 分子中に水酸基等の官能基を有するオキシアルキレ ン重合体に、この官能基に対して反応性を示す活性基及 び不飽和基を有する有機化合物を反応させ、不飽和基を 含有するオキシアルキレン重合体を得る。又は、不飽和 基含有エポキシ化合物との共重合により不飽和基含有オ キシアルキレン重合体を得る。次いで、得られた反応生 成物に反応性珪素基を有するヒドロシランを作用させて 30 ヒドロシリル化する方法。

【0014】(ji) (j)の方法と同様にして得られた不飽 和基を含有するオキシアルキレン重合体にメルカプト基 及び反応性珪素基を有する化合物を反応させる方法。 (iji)分子中に水酸基、エボキシ基、イソシアネート基 等の官能基を有するオキシアルキレン重合体に、この官 能基に対して反応性を示す官能基及び反応性珪素基を有 する化合物を反応させる方法。

【0015】これらの方法のうちで、 (i)の方法又は (iii)のうち末端に水酸基を有する重合体とイソシアネ ート基及び反応性珪素基を有する化合物とを反応させる 方法が好ましい。

【0016】本発明に使用する(a)成分であるオキシ アルキレン重合体は、直鎖状であっても又は分岐を有し ていても良く、その分子量としては500~50.00 0程度のものが好ましく、1,000~20,000の ものが更に好ましい。この重合体に含まれる反応性珪素 基は、重合体1分子中に少なくとも1個、好ましくは 1. 1~5個存在するのがよい。分子中に含まれる反応

り、また多すぎると網目構造があまりに密となるため良 好な機械特性を示さなくなる。

【0017】本発明の(a)成分であるオキシアルキレ ン重合体の具体例としては、例えば、特公昭45-36319号 公報、同46-12154号公報、特開昭 50-156599号公報、同 54-6096号公報、同55-13767号公報、同55-13768号公 報、同 57-164123号公報、特公平3-2450号公報、米国特 許第 3,632,557号明細書、同 4,345,053号明細書、同 4,366,307号明細書、同 4,960,844号明細書等に開示さ れているもの、また特開昭61-197631号公報、同 61-215 622号公報、同 61-215623号公報、同 61-218632号公報 に開示されている数平均分子量6,000以上、M,/ M. が1.6以下の高分子量で分子量分布が狭いオキシ アルキレン系重合体を例示できるが、特にこれらに限定 されるものではない。

【0018】この反応性珪素基を含有するオキシアルキ レン重合体は、単独で使用してもよく、2種以上併用し てもよい。また、反応性珪素基を有するビニル系重合体 をブレンドしたオキシアルキレン重合体も使用できる。 【0019】反応性珪素基を有するビニル系重合体をブ レンドしたオキシアルキレン重合体の製造方法は、特開 昭 59-122541号公報、同 63-112642号公報、特開平6-17 2631号公報等に開示されている。具体的には、反応性珪 素基を有し、分子鎖が実質的に下記一般式(5)で表わ される炭素数1~8のアルキル基を有するアクリル酸エ ステル単量体単位及び/又はメタアルリル酸エステル単 量体単位と、下記一般式(6)で表わされる炭素数10 以上のアルキル基を有するアクリル酸エステル単量体単 位及び/又はメタアルリル酸エステル単量体単位からな る共重合体に、反応性珪素基を含有するオキシアルキレ ン重合体をブレンドして製造する。

【0020】一般式(5):

 $-CH_2 - C(R^6)(COOR^5) -$ (5) 式中、R<sup>5</sup> は炭素数1~8のアルキル基、R<sup>6</sup> は水素原 子又はメチル基を示す。

一般式(6)

 $-CH_2$   $-C(R^6)(COOR^7)$  -(6) 式中、R°は前記と同じ、R'は炭素数10以上のアル キル基を示す。

【0021】この一般式(5)のR'としては、例えば メチル基、エチル基、プロピル基、n–ブチル基、t–ブチ ル基、2-エチルヘキシル基等の炭素数1~8、好ましく は1~4、更に好ましくは1~2のアルキル基が挙げら れる。なお、R'のアルキル基は単独でも良く、2種以 上混合していても良い。

【0022】この一般式(6)のR'としては、例えば ラウリル基、トリデシル基、セチル基、ステアリル基、 炭素数22のアルキル基、ベヘニル基等の炭素数10以 上、通常は10~30、好ましくは10~20の長鎖の 性珪素基の数が1個未満になると、硬化性が不充分にな 50 アルキル基が挙げられる。なお、R'のアルキル基は、

R'の場合と同様、単独でも良く、2種以上混合していても良い。

【0023】とのビニル系共重合体の分子鎖は、実質的に式(5)及び式(6)の単量体単位からなるが、とこでいう実質的にとは該共重合体中に存在する式(5)及び式(6)の単量体単位の合計が50重量%を超えることを意味する。式(5)及び式(6)の単量体単位の合計は好ましくは70重量%以上である。

【0024】また、式(5)の単量体単位と式(6)の 単量体単位との存在比は、重量比で95:5~40:6 10 0が好ましく、90~10:60:40が更に好まし い。この共重合体に含有されていても良い式(5)及び 式(6)以外の単量体単位としては、例えば、アクリル 酸、メタクリル酸等のアクリル酸、アクリルアミド、メ\*

$$-[-Si(R^{8}_{2-a})(X_{a})-O-]_{n}Si(R^{8}_{3-b})-X_{b}$$

(式中、R<sup>®</sup> は炭素数1~20の置換若しくは非置換の う機基又はトリオルガノシロキシ基を示し、Xは水酸基 又は異種若しくは同種の加水分解性基を示し、aは0、 1又は2の整数であり、bは0、1、2又は3の整数 ※20

$$-Si(R^8_{3-c})-X_c$$

(式中、 $R^{\circ}$ 、Xは、前記に同じ。cは1、2、Xは3の整数。)で表わされる基である。

【0026】この共重合体の中の反応性珪素基の個数は、充分な硬化性を得る点から平均1個以上、更には、1.1個以上、特には1.5個以上が好ましく、また見掛け上反応性珪素基1個当りの数平均分子量が300~4,000になるように存在することが好ましい。

【0027】式(7)における加水分解性基の具体例としては、ハロゲン原子、水素原子、アルコキシ基、アシ 30ルオキシ基、ケトキシメート基、アミノ基、アミド基、アミノオキシ基、メルカプト基、アルケニルオキシ基等が挙げられる。これらのうちでも、加水分解性がマイルドさの点から、メトキシ基、エトキシ基等のアルコキシ基が好ましい。

【0028】また、式(7)におけるR®の具体例としては、例えば、メチル基、エチル基等のアルキル基、シクロヘキシル基等のシクロアルキル基、フェニル基等のアリール基、ベンジル基等のアラルキル基等が挙げられる。更に、R®は(R®)。SiO-(R®は、炭素数1~20の置換若しくは非置換の有機基又はトリオルガノシロキシ基を示す)で示されるトリメチルシロキシ基であっても良い。これらのうちではメチル基が特に好ましい

【0029】更に、反応性珪素官能基を有するビニル系 重合体をブレンドしてなるオキシアルキレン重合体の製 造方法としては、他にも、反応性珪素基を有するオキシ アルキレン重合体の存在下で(メタ)アクリル酸エステ ル系単量体の重合を行う方方が利用できる。この製造方 法は、特開昭59-78223号、同 59-168014号、同 60-2285 50

\* タクリルアミド、N-メチロールアクリルアミド、N-メチロールメタクリルアミド等のアミド基、グリシジルアクリレート、グリシジルメタクリレート等のエポキシ基、ジエチルアミノエチルアクリレート、ジエチルアミノエチルメタクリレート、アミノエチルビニルエーテル等のアミノ基を含む単量体、その他アクリロニトリル、スチレン、α-メチルスチレン、アルキルビニルエーテル、

塩化ビニル、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、エチレン等に起因する単量体単位が挙げられる。 【0025】この共重合体は、数平均分子量で500~

100,000のものが取扱いの容易さの点から好ましい。この共重合体が有する反応性珪素基は、一般式(7)

(7)

※で、( $a+\Sigma b$ ) $\ge 1$ を満足するものとする。nは0又は $1\sim 1$ 9の整数を示す。)で表わされる。経済性等の点から好ましい反応性珪素官能基は、

(8)

16号、同 60-228517号等の各公報に開示されているが、 
てれらの限定されるものではない。

【0030】また、(a)成分の1分子中に少なくとも 1個の反応性珪素基を含有するオキシアルキレン系重合 体以外に反応性珪素基を有する他の重合体、例えばポリ ジメチルシロキサン等を添加しても良い。

【0031】本発明組成物の(b)成分である炭化水素 系化合物は、一般によく知られたものが利用でき、特に 脂肪族炭化水素の、例えばパラフィン系、オレフィン 系、ジオレフィン系、ポリオレフィン系、アセチレン系 等が好ましい。構造的には、直鎖状でも分岐があっても よい。また、不飽和基含有炭化水素の重合体や、同重合 体に水素を添加して得られる反応生成物も使用できる。 更に好ましくはパラフィン系炭化水素であって、炭素数 6以上、更には炭素数8~18のパラフィン系炭化水素 を使用すると顕著な効果が得られる。炭素数が小さいも のは高温で揮発するため、また炭素数が大きいものは低 温で固体となるため、使用される温度条件によっては充 分な効果が得られなくなる。具体的には、n-オクタン、 2-エチルヘプタン、3-メチルヘプタン、n-ノナン、2-メ チルオクタン、3-メチルオクタン、n-デカン、2-メチル ノナン、3-メチルノナン、n-ウンデカン、n-ドデカン、 n-トリデカン、n-テトラデカン、4,5-ジプロピルオクタ ン、3-メチルトリデカン、6-メチルトリデカン、n-ヘキ サデカン、n-ヘプタデカン、n-オクタデカン等が例示で きるが、これらに限定されるものではない。また、

(b)成分の炭化水素系化合物は、1種類だけを用いてもよいし、2種類以上の混合物を用いても良い。

【0032】(b)成分の炭化水素系化合物の使用量

は、(a)成分のオキシアルキレン重合体 100重量部 に対し、 $0.1\sim150$ 重量部が好ましく、更には $1\sim60$ 重量部が好ましい。該重量部が0.1重量部以下では改善の効果が現れず、150重量部を超えると硬化物の機械的強度が不足するという問題点を生じ、好ましくない。

【0033】本発明の組成物には、必要に応じて可塑剤を使用することができるが、その場合には、含有する(b)成分の炭化水素系化合物の量に応じて、その添加量を調整する必要がある。これらの添加量は、オキシア 10ルキレン重合体の100重量部に対して炭化水素と可塑剤の総量が0.1~150重量部の範囲になるように使用すると好ましい結果が得られる。150重量部を超えると硬化物の機械的強度が低下するばかりでなく、タックへの改善効果が得られなくなる。

【0034】可塑剤としては、例えば、ジオクチルフタレート、ジイソデシルフタレート、ジブチルフタレート、ジブチルマタレート、ブチルベンジルフタレート等のフタル酸エステル類;エボキシ化大豆油、エボキシ化アマニ油、エボキシステアリン酸ベンジル等のエボキシ可塑剤類;2塩基酸20と2個アルコールとのボリエステル類等のボリエステル系可塑剤類;ポリプロピレングリコールやその誘導体等のボリエーテル類;ボリーαーメチルスチレン、ボリスチレン等のポリスチレン類;ボリブタジエン、ブタジエンーアクリロニトリル共重合体、ボリクロロブレン、ボリイソプレン、ポリブテン、塩素化パラフィン類等の可塑剤が、単独で又は2種類以上の混合物の形で任意に使用できる。

【0035】本発明の硬化性組成物には、反応性珪素基 の反応を促進するために、シラノール縮合触媒が含有さ れていても良い。このようなシラノール縮合触媒として は、テトラブチルチタネート、テトラプロピルチタネー ト等のチタン酸エステル類、ジブチル錫ジラウレート、 ジブチル錫マレエート、ジブチル錫ジアセテート、オク チル酸錫、ナフテン酸錫、ジブチル錫オキサイドとフタ ル酸エステルとの反応物、ジブチル錫ジアセチルアセト ナート等の有機錫化合物類、アルミニウムトリスアセチ ルアセトナート、アルミニウムトリスエチルアセトアセ テート、ジイソプロポキシアルミニウムエチルアセトア セテート等の有機アルミニウム化合物類、ビスマスート リス(2-エチルヘキソエート)、ビスマスートリス(ネ オデカノエート)等のビスマス塩と有機カルボン酸との 反応物等、ジルコニウムテトラアセチルアセトナート、 チタンテトラアセチルアセトナート等のキレート化合物 類、オクチル酸鉛等の有機鉛化合物、有機バナジウム化 合物、ブチルアミン、オクチルアミン、ジブチルアミ ン、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリ エタノールアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレ ンテトラミン、オレイルアミン、シクロヘキシルアミ ン、ベンジルアミン、ジエチルアミノプロピルアミン、

R

キシリレンジアミン、トリエチレンジアミン、グアニジン、ジフェニルグアニジン、2,4,6-トリス(ジメチルアミノメチル)フェノール、モルホリン、N-メチルモルホリン、2-エチルー4-メチルイミダゾール、1,8-ジアザビシクロ(5,4,0)-7-ウンデセン(DBU)等のアミン系化合物又はそれらのカルボン酸等との塩、過剰のポリアミンと多塩基酸とから得られる低分子量ポリアミド樹脂、過剰のポリアミンとエポキシ化合物との反応生成物等を例示することができるが、これらに限定されるものではなく、一般に使用される縮合触媒を使用することができる。これらのシラノール縮合触媒は、単独で使用してもよく、2種以上併用してもよい。これらのシラノール縮合触媒のうち、有機金属化合物類、又は有機金属化合物類とアミン系化合物との併用系が硬化性の点から好ましい。

【0036】とれらのシラノール縮合触媒の使用量は、反応性珪素基を有するオキシアルキレン系重合体の100重量部に対して0.01~20重量部程度が好ましく、0.1~10重量部程度が更に好ましい。オキシアルキレン系重合体に対してシラノール縮合触媒の使用量が少な過ぎると、硬化速度が遅くなり、また硬化反応が充分に進行し難くなるので好ましくない。一方、オキシアルキレン系重合体に対してシラノール縮合触媒の使用量が多すぎると、硬化時に局部的な発熱や発泡が生じ、良好な硬化物が得られ難くなるので好ましくない。【0037】本発明の硬化性組成物には、必要に応じて更に、脱水剤、相溶化剤、接着性改良剤、物性調整剤、保存安定性改良剤、充填剤、老化防止剤、紫外線吸収剤、金属不活性化剤、オゾン劣化防止剤、光安定剤、アミン系ラジカル連鎖禁止剤、燐系過酸化物分解剤、滑

【0038】例えば、添加剤として充填剤を用いる場合、木粉、クルミ殻粉、もみ殻粉、バルブ、木綿チップ、マイカ、グラファイト、けいそう土、白土、カオリン、クレー、タルク、ヒュームドシリカ、沈降性シリカ、無水珪酸、石英粉末、ガラスビーズ、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、酸化チタン、アルミニウム粉末、亜鉛粉末、アスベスト、ガラス繊維、炭素繊維等が使用できる。これらのフィラーは単独で用いてもよく、2種以上併用しても良い。

剤、顔料、発泡剤、難燃剤、帯電防止剤等の各種添加剤

を適宜添加することもできる。

【0039】本発明の(a)成分及び(b)成分を含有する硬化性樹脂組成物を調製する方法には、特に限定はなく、例えば(a)成分及び(b)成分を配合して、ミキサー、ロール又はニーダー等を用いて各成分を溶解させ、混合する等の通常の方法を採用することができる。【0040】また、このようにして得られる組成物は、2液型は勿論、1液型の硬化性組成物にも適用できる。後者の場合は、実質的に水分のない状態で本発明組成物を調整することによって得られ、密閉状態で保存すれば

長期間の貯蔵に耐え、大気中に曝すと速やかに表面から 硬化を開始する。

【0041】本発明組成物は、弾性シーリング材として、建造物、土木工事、また工業用途等の分野に有用であり、塗料、接着剤、注入剤、コーティング材としてもしようできる。

#### [0042]

【実施例】次に、実施例を挙げて本発明の硬化性組成物 を詳しく説明するが、本発明はこれらの実施例に限定さ れるものではない。

実施例1~12、比較例1、2

1分子当り平均2個のメチルジメトキシシリル基−Si(CH<sub>3</sub>)(OCH<sub>3</sub>)

を含有する平均分子量8,000のプロピレンオキシド重合体の100重量部に、表面処理膠質炭酸カルシウム(平均粒径0.08μm)120重量部、酸化チタン20重量部、水添ヒマシ油2重量部、ジブチル錫ジアセチルアセトナート1重量部、更に表1に示す炭化水素と、DIDP(ジイソデシルフタレート)又はニューポールLB285(三洋化成社製オキシブロピレングリコール\*20

\* モノエーテル)の表に示す量を添加して、実質的に水分 のない状態で充分に混練りし、硬化性樹脂組成物を得 た。

【0043】なお、表1において、オクタン、ウンデカン、トリデカンは和光純薬の製品であり、N-12は日鉱石油化学ノルマルパラフィン(n-ドデカン99.0%)であり、YH-NPは日鉱石油化学ノルマルパラフィン(n-ドデカン18%、n-トリデカン59%、n-テトラデカン19%、n-ヘプタデカン4%)であり、SH-10 NPは日鉱石油化学ノルマルパラフィン(n-テトラデカン55%、n-ヘプタデカン37%、n-ヘキサデカン8%)である。

【0044】以上のようにして得られた組成物を3mmの厚さに延ばし、23℃、55%RHの条件で硬化させ、表面に残留しているタックを指触で評価した。この結果は表1に示す通りであり、炭化水素を併用していない比較例の場合も共に示してある。

[0045]

【表1】

表 1

|         | 実 施 例 |    |     |            |       |    |     |     |    |    | 比較例 |     |     |    |
|---------|-------|----|-----|------------|-------|----|-----|-----|----|----|-----|-----|-----|----|
|         | 1     | 2  | 3   | 4          | 5     | 6  | 7   | 8   | 9  | 10 | 11  | 12  | 1   | 2  |
| 炭化水素    |       |    |     |            |       |    |     |     |    |    |     |     |     |    |
| オクタン    | 10    | _  | - 1 | _          |       | _  | _   |     |    |    | _   | -   | -   |    |
| ウンデカン   |       | 10 |     | -          | _     | -  | 20  | _   | 45 |    |     | -   |     |    |
| トリデカン   |       | _  | 10  | -          | . – , | _  | · _ | 20  | -  | ~  |     | -   | . – | _  |
| N - 12  | i     | _  | -   | 1 <b>0</b> | -     | _  | _   | _   | -  | 10 | _   |     | -   | _  |
| YH-NP   |       | _  | - 1 | _          | 10    | -  | -   | - 1 | -  |    | 10  | - 1 | i — | -  |
| SH-NP   |       | -  | _   | _          | -     | 10 | -   | _   | _  | -  | _   | 10  |     | _  |
| 可塑剤     |       |    |     |            |       |    |     |     |    |    |     |     |     |    |
| DIDP    | 45    | 45 | 45  | 45         | 45    | 45 | 35  | 35  | 10 |    | _   | -   | 55  | -  |
| L B-285 | _     | -  | -   | -          | -     | _  | -   | _   |    | 45 | 45  | 45  | _   | 55 |
| タッケ     |       |    |     |            |       |    |     |     |    |    |     |     |     |    |
| 1日後     |       |    | Δ   |            |       |    |     |     | Δ  |    |     |     | ×   | ×  |
|         |       | Δ  | ~0  | Δ          | Δ     | Δ  | Δ   | Δ   | ~0 | Δ  | Δ   | Δ   | ~△  | ~. |
|         |       |    |     |            |       |    | l   |     |    |    |     |     |     |    |
| 7日後     |       |    | 0   |            |       |    |     |     |    |    |     | •   |     |    |
|         |       |    |     |            | 1     |    |     |     |    | 1  |     | 1   |     |    |

注: 表面のタックの状態。

×:かなりタックがある。

△: タックがある。

〇:少しタックがある。

◎: タックが全くない。